# FLUORORUBBER COPOLYMER EXCELLENT IN LOW-TEMPERATURE PROPERTY AND CURING COMPOSITION THEREFOR

Publication number: JP8157538 Publication date: 1996-06-18

Inventor:

SAITO HIDEYA; KITAICHI MASAKI; UEDA YUTAKA;

KISHINE MITSURU

Applicant:

**DAIKIN IND LTD** 

**Classification:** 

- international:

C08K5/14; C08F2/38; C08F14/22; C08F16/14; C08F214/22; C08F216/14; C08K5/04; C08K5/17; C08K5/3477; C08L27/16; C08F2/38; C08F14/00; C08F16/00; C08F214/00; C08F216/00; C08K5/00; C08L27/00; (IPC1-7): C08F214/22; C08F2/38; C08F216/14; C08K5/14; C08K5/3477; C08L27/16; C08F214/22; C08F214/26; C08F214/28; C08F216/14

- European:

Application number: JP19940302502 19941206 Priority number(s): JP19940302502 19941206

Report a data error here

#### Abstract of JP8157538

PURPOSE: To economically obtain a fluororubber copolymer having excellent vulcanizability and good low-temperature resistance by copolymerizing vinylidene fluoride, perfluoro(methyl vinyl ether), hexafluoropropylene and tetrafluoroethylene in the presence of a specified diiodo compound. CONSTITUTION: The copolymer is obtained by radical polymerization in the presence of a diiodo compound represented by the formula RI2 (wherein R is a 1-16C saturated fluorohydrocarbon group or chlorohydrocarbon group, or a 1-3C hydrocarbon group) and contains 65-85mol% vinylidene fluoride units, 3-20mol% perfluoro(methyl vinyl ether) units, 3-25mol% hexafluoropropylene units and 3-25mol% tetrafluoroethylene units. The iodine atoms introduced into the copolymer from the diiodo compound account for 0.01-1wt.% of the total weight of the copolymer, and the copolymer has a Mooney viscosity [ML1+10 (100 deg.C)] of 20 to 150.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

#### (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平8-157538

(43)公開日 平成8年(1996)6月18日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> C 0 8 F 214/22 2/38	識別記号 MKM MCL	庁内整理番号	FΙ	技術表示箇所
216/14 C 0 8 K 5/14	MKZ			
5/347	7 KJK	審査請求	未請求。請求項	頁の数8 OL (全 6 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	特願平6-302502		(71)出願人	000002853
(22)出願日	平成6年(1994)12)	∄6日		ダイキン工業株式会社 大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号 梅田センタービル
			(72)発明者	斎藤 秀哉 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内
			(72)発明者	北市 雅紀 大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内
			(74)代理人	弁理士 青山 葆 (外1名)
				最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 低温性に優れたフッ素ゴム共重合体及びその硬化用組成物

## (57)【要約】

【構成】 ジョウ素化合物の存在下にラジカル重合して得られる、フッ化ビニリデン単位  $65 \sim 85$  モル%、パーフルオロ(メチルビニルエーテル)単位  $3 \sim 20$  モル% ポープルオロプロピレン単位  $3 \sim 25$  モル% およびテトラフルオロエチレン単位  $3 \sim 25$  モル%を含んでなるフッ素ゴム共重合体であって、ジョウ素化合物により共重合体中に導入されるヨウ素含量が  $0.01 \sim 1$  重量%であり、ムーニー粘度が  $20 \sim 150$  の範囲であるもの。

【効果】 従来のフッ素ゴムが持つ優れた性能を維持しながら優れた加硫性、実質的に必要な耐寒性を有し、低いコストで製造できる。

1

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式:

【化1】R I 2

(1)

(式中、Rは炭素数1~16の飽和のフルオロ炭化水素 基若しくはクロロフルオロ炭化水素基または、炭素数1 ~3の炭化水素基を表す。)で表されるジヨウ素化合物 の存在下にラジカル重合してなる、フッ化ビニリデン (VdF)単位65~85モル%、パーフルオロ(メチル ピニルエーテル) (PMVE)単位3~20モル%、ヘキ びテトラフルオロエチレン(TFE)単位3~25モル% を含んでなるフッ素ゴム共重合体であって、一般式(1) で表されるジョウ素化合物により共重合体中に導入され るヨウ素が共重合体の全重量に対して、0.01~1重 量%であり、そのムーニー粘度(ML(1+10)100 ℃)の値が20~150の範囲である共重合体。

【請求項2】 VdF単位65~80モル%、PMVE 単位3~11モル%、HFP単位3~20モル%および TFE単位3~15モル%を含んでなる請求項1に記載 のフッ素ゴム共重合体。

【請求項3】 請求項1または2に記載の共重合体10 0 重量部、有機過酸化物 0.05~10重量部および架 橋助剤0.1~10重量部を含んでなる硬化用組成物。

【請求項4】 有機過酸化物が、ジアルキルパーオキサ イドである請求項3に記載の組成物。

【請求項5】 有機過酸化物が、2,5-ジメチル-2, 5-ジ(ターシャリープチルパーオキシ)ヘキサンである 請求項3に記載の組成物。

【請求項6】 架橋助剤がトリアリルイソシアヌレート である請求項3~5のいずれかに記載の組成物。

【請求項7】 請求項3~6のいずれかに記載の組成物 を用いて製造したシール材。

【請求項8】 請求項3~6のいずれかに記載の組成物 を用いて製造したホース。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明はフッ素ゴム共重合体およ びその硬化用組成物に関し、詳しくは従来のフッ素ゴム の持つ優れた性能を維持しながら、優れた加硫性、実質 的に必要な耐寒性を持ち、低い製造コストにより製造可 40 能なフッ素ゴム共重合体および該共重合体を含んでなる 硬化用組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】フッ化ビニリデン(VdF)単位を中心と したフッ素ゴムは、その卓越した耐熱性、耐薬品性、耐 溶剤性、耐燃料油性等から、自動車工業、半導体工業、 化学工業等の分野において、O-リング、ホース、スチ ムシール、シャフトシール、ダイヤフラム等の形状に成 形されて広く使用されている。しかし、従来用いられて いたフッ素ゴムは、他のゴム材料に比較して耐寒性が劣 50 存在下にラジカル重合してなる、フッ化ビニリデン (V

ることが指摘されてきた。一方、特定のヨウ素化合物を フッ素ゴム共重合体の、ラジカル重合時の連鎖移動剤と して用いることで、該共重合体の分子末端にヨウ素を結 合せしめ、そのヨウ素原子の高いラジカル活性を利用し て、パーオキサイド架橋反応を行う技術が本出願人より 提案され(特開昭53-125491号)、また、該技術 を使用し、かつ特定の組成の重合を行った場合に得られ る共重合体の加硫成形体は、低温特性が優れているとい う報告(特表平6-508161号)があり、これにはV サフルオロプロピレン(HFP)単位 $3\sim25$ モル%およ 10 dF、テトラフルオロエチレン(TFE)およびパーフル オロ(メチルビニルエーテル)(PMVE)の3元共重合 体が記載されている。VdF、ヘキサフルオロプロピレ ン(HFP)およびTFEは従来のフッ素ゴム、あるい は、フッ素樹脂の原料モノマーとして大量生産が既に行 われている為、入手コストは比較的安価であるが、PM VEは応用例が工業的には少なく、さらに合成経路も前 述のフルオロオレフィンに比べて複雑であるため、入手 コストが高くなる事情から、該共重合体の製造コストが 髙くなる問題点を有していた。一方、ゴム材料を自動車 20 燃料中で使用する場合、燃料による膨潤の影響で、その 耐寒性が向上することが報告されており(カウチュック・ グミ・クンストシュトッフェ(Kautschuk Gummi Kun ststoffe) 第46巻、10号、812~823頁)、このよ うな条件での使用が想定されるフッ素ゴムでは、膨潤後 の耐寒性が目標値を越えていることが実質的には重要で ある。フッ素ゴムの大きな使用産業である自動車産業で は、ユーザーのコスト意識の高まりをふまえて、必要度 を越えた高性能、高価格の部品を見直しつつあり、過剰 な耐寒性を持つ、コスト高のゴムが必ずしも要求されて 30 いるとは言えないのが実情である。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来のフッ 素ゴムが持つ優れた性能を維持しながら、優れた加硫 性、実質的に必要な耐寒性を持ち、低い製造コストによ り製造可能なフッ素ゴム共重合体を提供することを目的 とする。

[0004]

【課題を解決するための手段】上述の問題点を解決する べく鋭意研究を重ねた結果、特定量のジョウ素化合物の 存在下に、特定の組成のVdF、PMVE、TFE、H FPを共重合してなるフッ素ゴム共重合体が、過剰品質 でない燃料膨潤後の耐寒性を持ち、かつ従来のヨウ素含 有フッ素ゴムの持つ、優れた耐熱性、耐薬品性、耐溶剤 性、耐油性、加硫性を合わせ持つという予想外の結果を 見出した。従って本発明は、一般式:

【化2】R I 2 (1)

(式中、Rは炭素数1~16の飽和のフルオロ炭化水素 基若しくはクロロフルオロ炭化水素基または炭素数1~ 3の炭化水素基を表す。)で表されるジョウ素化合物の dF)単位65~85モル%、パーフルオロ(メチルビニ ルエーテル) (PMVE)単位3~20モル%、ヘキサフ ルオロプロピレン(HFP)単位3~25モル%およびテ トラフルオロエチレン(TFE)単位3~25モル%を含 んでなるフッ素ゴム共重合体であって、一般式(1)で表 されるジョウ素化合物より共重合体中に導入されるヨウ 素が共重合体の全重量に対して、0.01~1重量%で あり、そのムーニー粘度(ML(1+10)100℃)の値 が20~150の範囲である共重合体を要旨とする。本 発明のフッ素ゴム共重合体は、比較的安価に供給でき過 10 剰品質ではないが燃料膨潤後の十分な耐寒性を有し、か つ従来のヨウ素含有フッ素ゴムの持つ、優れた耐熱性、 耐薬品性、耐溶剤性、耐油性、加硫性を合わせ持つもの である。以下本発明を詳細に説明する。

【0005】共重合体中のVdF単位が65~85モル %、好ましくは65~80モル%であることが必要であ る。VdF単位が65モル%未満の場合、共重合体のガ ラス転移温度が高くなるため、耐寒性が悪化することに なる。VdF単位が85モル%を越える場合、共重合体 の非晶質性が損なわれる為に、ゴム弾性が著しく低下す 20 る。共重合体中においてPMVE単位が3~20モル %、好ましくは3~11モル%であることが必要であ る。PMVE単位が3モル%未満の場合、共重合体の耐 寒性が著しく損なわれる。PMVE単位が20モル%を 越える場合、PMVEが高価であるために、共重合体の 製造コストが高くなり、また、必要のない耐寒性がその 共重合体に付与される。

【0006】共重合体中のHFP単位は3~25モル %、好ましくは3~20モル%である必要がある。HF P単位が3モル%未満では、ゴム状にするためには、そ 30 の分PMVE含量を増加する必要があり、そのために製 造コストの上昇を伴う。 HFP単位が25モル%を越え ると、共重合体のガラス転移温度が上昇する。共重合体 中のTFE単位は3~25モル%、好ましくは3~15 モル%である必要がある、TFE単位が3モル%未満で は、VdF単位による結晶化がおこりやすい。TFE単 位が25モル%を越えると、共重合体のガラス転移温度 が上昇する。

【0007】本発明の共重合体においては、一般式(1) で表される化合物により共重合体中に導入されるヨウ素 40 が、該共重合体全重量に対して、0.01~1重量% (重合時に添加した該ヨウ素化合物の重量より計算する ものとする)である必要がある。共重合体中に存在する 該ヨウ素化合物量は、特開昭53-125491号に記 載されているように、それが連鎖移動剤として働くため に、その分子量の決定に重要な意味をもち、さらに、ポ リマー中に導入されたヨウ素は、架橋点としても機能す ることになる。そのため、式(1)で表される化合物によ り共重合体中に導入されるヨウ素が該共重合体全重量に 対して、0.01重量%未満の場合、ポリマーの分子量 50 鎖を有するカルボン酸の塩類が望ましい。乳化剤の具体

が大きくなりすぎるために、加硫反応の際の流動性が損 なわれ、架橋密度が低くなるため、成形体が充分な破断 強度を発現できない。また、1重量%を越える場合は、 分子量が低くなりすぎるために、ゴム練り作業に支障を きたす。本発明の共重合体はムーニー粘度(ML(1+1 0)100℃)が20~150の範囲であることが必要で ある。ここで言うムーニー粘度とは、JIS K 63 00 ムーニー粘度試験に既定される方法で測定される もので、測定温度は100℃とする。ムーニー粘度を2 0未満とするとゴム練り作業に支障をきたし、一方15 0を超えると加硫反応の際の流動性が損なわれる。

【0008】次に本発明の共重合体の製造方法について 説明する。本発明の共重合体は、実質的に無酸素下で、 水媒体中で、ジヨウ素化合物の存在下にVdF、PMV E、HFPおよびTFEを加圧下で撹拌をしながらラジ カル乳化重合を行うことで製造できる。

【0009】本発明中の共重合体の製造時に使用する代 表的なジョウ素化合物は、1.3-ジョードパーフルオ ロプロパン、1,4-ジョードパーフルオロプタン、1, 3-ジョード-2-クロローパーフルオロプロパン、 1,5-ジョード-2,4-ジクロロパーフルオロペンタ ン、1,6-ジョードパーフルオロヘキサン、1,8-ジ ヨードパーフルオロオクタン、1,12-ジョードパー フルオロドデカン、1,16-ジョードパーフルオロへ キサデカン、ジョードメタン、1,2-ジョードエタ ン、1,3-ジョード-n-プロパンであり、これら反応 試剤は単独で使用してもよく、相互に組み合わせて使用 することもできる。好ましいジヨウ素化合物の一つとし て、1,4-ジョードパーフルオロプタンが挙げられ る。ジョウ素化合物は共重合体全重量に対して0.1~ 2重量%用いる。

【0010】本発明の共重合体の製造で使用するラジカ ル重合用開始剤は従来から弗素系エラストマーの重合に 使用されているものと同じ物である。これら開始剤には 有機、無機の過酸化物ならびにアゾ化合物がある。典型 的な開始剤として過硫酸塩類、過酸化カーボネート類、 過酸化エステル類などがあり、好ましい開始剤として過 硫酸アンモニウム(APS)が挙げられる。APSはそれ 単独でも使用してもよく、またサルファイト類、亜硫酸 塩類のような還元剤と組み合わせて使用することもでき る。重合時に添加される開始剤量は、できるだけ少量の ほうが、生成する共重合体の物性面では好ましい。ただ し、著しく少量の場合、重合速度の低下により、生産性 を悪化させる要因となるため、調整が必要である。通常 ジョウ素化合物に対して5~50モル%用いる。

【0011】本発明の共重合体の乳化重合に使用される 乳化剤は、広範囲のものが使用可能であるが、重合中に おこる乳化剤分子への連鎖移動反応を抑制する観点か ら、フルオロカーボン鎖または、フルオロポリエーテル 5

的例としては [化3] C<sub>7</sub>F<sub>15</sub>COONH<sub>4</sub>, C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>COONH<sub>4</sub>. CF3CF2CF2OCFCOONH4 ĊF<sub>3</sub> CF3CF2CF2OCFCF2OCFCOONH4

> CF3CF2CF2O(CFCF2O)2CFCOONH4 ĊF3 CF<sub>3</sub>

CF<sub>3</sub>

ĊF3

CF<sub>3</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O(CFCF<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>CFCOONH<sub>4</sub> CF<sub>3</sub> CF<sub>3</sub>

がある。乳化剤の使用量は、添加された水の約0.05 ~1重量%が望ましく、特に0.1~0.5重量%が望 ましい。本発明での重合温度は広い範囲が採用可能であ るが、使用する開始剤の種類と還元剤の使用に依存して いる。一般的には、0~130℃の温度が採用される が、重合開始剤としてAPSを単独で採用する場合、5 0~90℃の温度が好ましく、それ以下の温度の場合、 著しい重合速度の低下を招く。重合圧力は、広い範囲が 採用可能である。一般には、0.2~8.0MPaの範 囲が採用される。重合圧力は、一般に高い程重合速度は 大きくなる為、生産性の向上の観点から、1.0MPa 以上であることが望ましい。

【0012】本発明の共重合体は、種々の架橋源により 架橋し、硬化(加硫)させてゴムとすることができる。架 線など)、紫外線などの高エネルギー電磁波も用いるこ とができるが、好ましくは有機過酸化物が用いられる。

【0013】有機過酸化物の使用量は、共重合体100 重量部に対して0.05~10重量部、好ましくは1. 0~5重量部である。有機過酸化物としては、一般には 熱や酸化還元系の存在で容易にパーオキシラジカルを発 生するものがよく、たとえば1,1-ビス(tープチルパ - オキシ) - 3, 5, 5 - トリメチルシクロヘキサン、2,5-ジメチルヘキサン-2,5-ジヒドロパーオキサイ ド、ジーtープチルパーオキサイド、tープチルクミルパ 40 ーオキサイド、ジクルミパーオキサイド、 $\alpha$ ,  $\alpha'$  – ビス (t-プチルパーオキシ)-p-ジイソプロピルベンゼン、 2,5-ジメチル-2,5-ジ(t-プチルパーオキシ)へキサン、2,5-ジメチル-2,5-ジ(t-ブチルパーオ キシ)-ヘキシン-3、ベンゾイルパーオキサイド、t-ブチルパーオキシベンゼン、2,5-ジメチルー2,5-ジ(ベンゾイルパーオキシ)ヘキサン、tープチルパーオ キシマレイン酸、t-プチルパーオキシイソプロピルカ ーポネートなどを例示することができる。就中、好まし

-0-0-の量、分解温度などを考慮して過酸化物の種 類並びに使用量が選ばれる。その中でも、2,5-ジメ チルー2,5-ジ(ターシャリープチルパーオキシ)へキ

サンが特に好ましい。

【0014】また、有機過酸化物を用いるときは、架橋 助剤を適宜併用することにより著しい硬化がみられる。 この架橋助剤は、パーオキシラジカルとポリマーラジカ ルとに対して反応活性を有するものであれば原則的に有 効であって、特に種類は制限されない。好ましいものと 10 しては、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシア ヌレート、トリアクリルホルマール、トリアリルトリメ リテート、N, N'-m-フエニレンピスマレイミド、ジ プロパギルテレフタレート、ジアリルフタレート、テト ラアリルテレフタールアミド、トリアリルホスフエート などが挙げられる。その中でも特に好ましのはトリアリ ルイソシアヌレートである。使用量は、共重合体100 重量部に対して0.1~10重量部が好ましく、より好 ましくは0.5~5重量部の割合である。

【0015】また架橋に際して他のゴム等を共存させて 20 行ってもよい。このようなプレンド共架橋することので きるものとして、シリコンオイル、シリコンゴム、エチ レン/酢酸ビニル共重合体、1,2-ポリプタジエン、 フルオロシリコンオイル、フルオロシリコンゴム、フル オロホスフアゼンゴム、ヘキサフルオロプロピレン/エ チレン共重合体、テトラフルオロエチレン/プロピレン 共重合体、さらにはラジカル反応性のある他の重合体が 用いられる。これらの使用量については、特に制限はな いが、本質的に本発明の共重合体の性質を損なう程度ま で多くするべきではない。さらに、共重合体を着色する 橋源としては、放射線 $(\alpha$ 線、 $\beta$ 線、 $\gamma$ 線、電子線、X 30 ための顔料、充填剤、補強剤などが用いられる。通常よ く用いられる充填剤または補強剤として、無機物では力 ーポンプラック、TiO2、SiO2、クレー、タルクなど が、有機物ではポリテトラフルオロエチレン、ポリビニ リデンフルオライド、ポリビニルフルオライド、ポリク ロロトリフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン/ エチレン共重合体、テトラフルオロエチレン/ピニリデ ンフルオライド共重合体などの含フッ素重合体が挙げら れる。

【0016】これら硬化成分の混合手段としては、材料 の粘弾性や形態に応じて適当な方法が採用され、通常の オープンロール、粉体ミキサーが用いられる。もちろ ん、固体状のものを溶剤に溶解ないし分散させて、分散 混合することも可能である。加硫温度および時間は、使 用するパーオキサイドの種類に依存するが、通常、プレ ス加硫は120~200℃の温度で5~30分行い、オ ープン加硫は150~250℃温度で1~24時間行 う。本発明の共重合体は、一般成形材料、シーラント、 接着剤、塗料などとして、耐熱性、耐油性、耐薬品性、 耐溶剤性などの要求される箇所に有効に使用される。成 いものは、ジアルキルタイプのものである。一般に活性 50 形体としての特に好ましい用途は〇-リング、リップタ

イプパッキン、オイルシール、ダイヤフラム、ガスケッ ト、Vリング等のシール材あるいはホースとしてであ る。

#### [0017]

【実施例】次に実施例、比較例を挙げて本発明を具体的 に説明するが、本発明が実施例によって限定されるもの でないことは勿論である。

#### 実施例1

内容積2.6LのSUS316製オートクレーブに、純 水1.0 L 及び乳化剤として C<sub>7</sub> F<sub>15</sub> COON H<sub>4</sub> 2.0 10 ル% / HFP 15.5 モル% / PMVE 5.0 モル g、PH調整剤としてリン酸水素二ナトリウム12水塩 0.09gを仕込み、系内を窒素ガスで充分に置換した 後、600rpmで撹拌しながら、80℃に昇温し、VdF /TFE/HFP/パーフルオロ(メチルビニルエーテ ル) (PMVE)のモノマー混合物(モル比59/4/2 6/11)を内圧が1.57MPaになるように圧入し た。次いで、APSの5mg/ml水溶液4mlを窒素圧で圧 入して反応を開始した。重合反応の進行に伴って圧力が 低下するので、1. 47MPaまで低下した時点で、ジ ヨウ素化合物である I (C F 2)4 I 1. 0gを圧入し、次 20 こない、ゴム状共重合体 3 8 0gを得た。この重合体の いでVdF/TFE/HFP/PMVEのモノマー混合 物(モル比73/9/9)で1.57MPaまで再加 圧し、昇圧降圧を繰り返しつつ、3時間毎に上記APS 水溶液を各2mlを窒素ガスで圧入して反応を継続した。 重合反応の開始から圧力降下の合計が4.21MPaに なった時点(5時間後)で、オートクレープを冷却し、未 反応モノマーを放出して固形分濃度24.0重量%の水 性乳濁液を得た。この水性乳濁液に、5重量%のカリミ ョウパン水溶液を添加して凝析を行い、凝析物を水洗、 乾燥してゴム状重合体306gを得た。この重合体のム 30 時間のオープン加硫条件で、組成物を加硫し、加硫物の ーニー粘度(ML1+10(100℃))は108であっ た。19 F-NMR分析の結果、この重合体のモノマー単 位組成は、VdF 72.0モル%/TFE 9.4モ ル%/HFP 9. 2モル%/PMVE 9. 4モル% であることがわかった。

【0018】実施例2

重合開始時に圧入するモノマー混合物のモル比がVdF /TFE/HFP/PMVE(56/4/34/6)であ り、圧降下後の再加圧に使用するモノマー混合物のモル 比がVdF/TFE/HFP/PMVE(70/10/1 5/5)であり、反応時間が7時間であること以外は、 実施例1と同様に反応をおこない、ゴム状共重合体30 0gを得た。この重合体のムーニー粘度は93であっ た。19F-NMR分析の結果、この重合体のモノマー単 位組成は、VdF 70.5モル%/TFE 9.0モ %であることがわかった。

#### 【0019】比較例1

重合開始時に圧入するモノマー混合物のモル比がVdF /TFE/HFP(48/8/44)であり、圧降下後の 再加圧に使用するモノマー混合物のモル比がVdF/T FE/HFP(65/18/17)であり、重合中に添加 する I (CF<sub>2</sub>)<sub>4</sub> I の量が 1. 2gであり、反応時間が 1 5時間であり、反応終了までの圧力降下の合計が5.1 0MPaであること以外は、実施例1と同様に反応をお ムーニー粘度は70であった。19F-NMR分析の結 果、この重合体のモノマー単位組成は、VdF 67. 1 THE 16. 4 THE 16. 5 モル%であることがわかった。

#### 【0020】性能評価

実施例または比較例で得られた共重合体に、表1に示す 成分を配合して、加硫組成物を調整し、キュラストメー タ(JISII型)を用いて160℃で加硫性を測定し た。また、160℃10分のプレス加硫及び180℃4 物性を測定した。まお、加硫物の物性は、JIS K 6301に準拠して測定した。また、ASTM D13 29に準拠してTR試験を行った。結果を表1に示す。 なお同表中、「部」とあるのは「重量部」を意味する。

[0021]

【表1】

	•

		実施例1	実施例2	比較例1
共重合体	100	100	100	
MT-カー	20	20	20	
トリアリルイソシ	4	4	4	
2,5-ジメチル-2,5 リーブチルパーオ	1. 5	1. 5	1. 5	
最低粘度	0. 40	0. 38	0. 25	
加硫度	5. 00	4. 90	4. 50	
誘導時間	0. 6	0. 6	0. 7	
適正加硫時	2. 0	1. 8	1. 8	
100% E: (kg/	26	25	25	
引っ張 (kg/	193	201	210	
伸度	350	360	360	
硬さ (J	65	67	69	
圧縮永 P-24 O-リン 200℃	28	29	30	
	TR10	-25	-22	-19
T R 試験 (浸漬前) (℃)	TR50	-21	-18	-15
(ASTN D1329)	TR70	-19	-16	-13
<u>丁</u> R試験	TR10	-38	-35	-32
(Fuel Č 40℃70時間 浸漬後)	TR50	-33	-31	-28
(°C)	TR70	-31	-29	-26

[0022]

【発明の効果】本発明の共重合体より製造されるゴムは 従来のフッ素ゴムが持つ優れた性能を維持しながら、優 れた加硫性、実質的に必要な耐寒性を有し、低い製造コ ストにより製造できる。

## フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

庁内整理番号 識別記号

FΙ

技術表示箇所

C 0 8 L 27/16

//(C08F 214/22

216:14

214:28

214:26)

(72)発明者 植田 豊

(72)発明者 岸根 充

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内

КJЈ

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内